

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-277416

(43)Date of publication of application : 25.09.2002

(51)Int.Cl.

G01N 25/18

(21)Application number : 2001-081286

(71)Applicant : SUMITOMO CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 21.03.2001

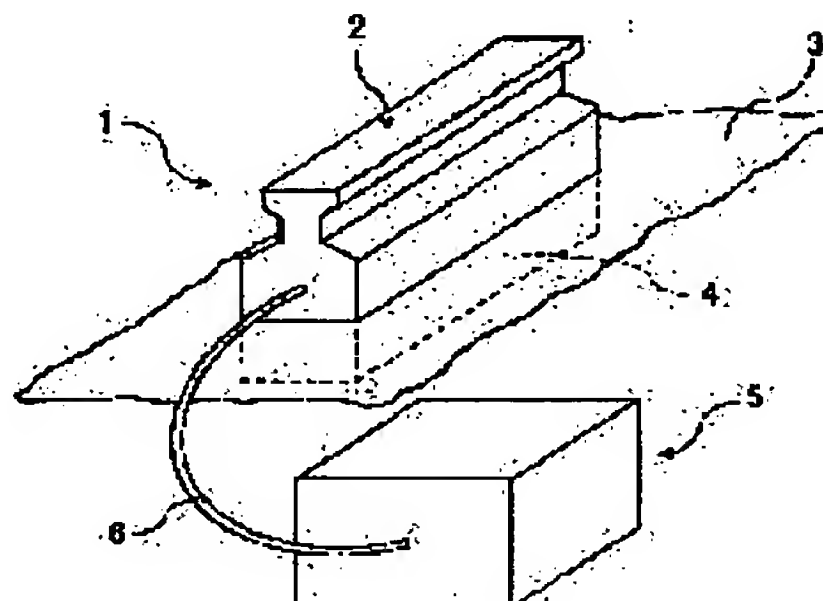
(72)Inventor : OTA KIYOSHI
KATAOKA KENTARO

(54) HEAT CONDUCTIVITY MEASURING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a heat conductivity measuring method capable of rapidly and accurately measuring heat conductivity even with respect to a liquid sample low in viscosity by a heat ray method.

SOLUTION: The surface of the liquid sample 10 is covered with a protective film 3, the liquid sample 10 is heated through the protective film 3 by a heater 7, and the heat conductivity of the liquid sample is measured from the temperature change of the heater 7. In this measuring method, the relation of the heating energy applied to the heater 7 with the heat conductivity is calculated and the heat conductivity, in such a case that the heating energy to the heater 7 is zero, is calculated from this relation to be set to that of the liquid sample 10. By this constitution, the heat conductivity of the liquid sample 10 low in viscosity can be calculated rapidly and accurately.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2002-277416
(P2002-277416A)

(43)公開日 平成14年9月25日(2002.9.25)

(51)Int.Cl.⁷
G 0 1 N 25/18

識別記号

F I
G 0 1 N 25/18

データベース(参考)
E 2 G 0 4 0

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願2001-81286(P2001-81286)

(22)出願日 平成13年3月21日(2001.3.21)

(71)出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72)発明者 太田 潔

愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学
工業株式会社内

(72)発明者 片岡 健太郎

愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学
工業株式会社内

(74)代理人 100104318

弁理士 深井 敏和

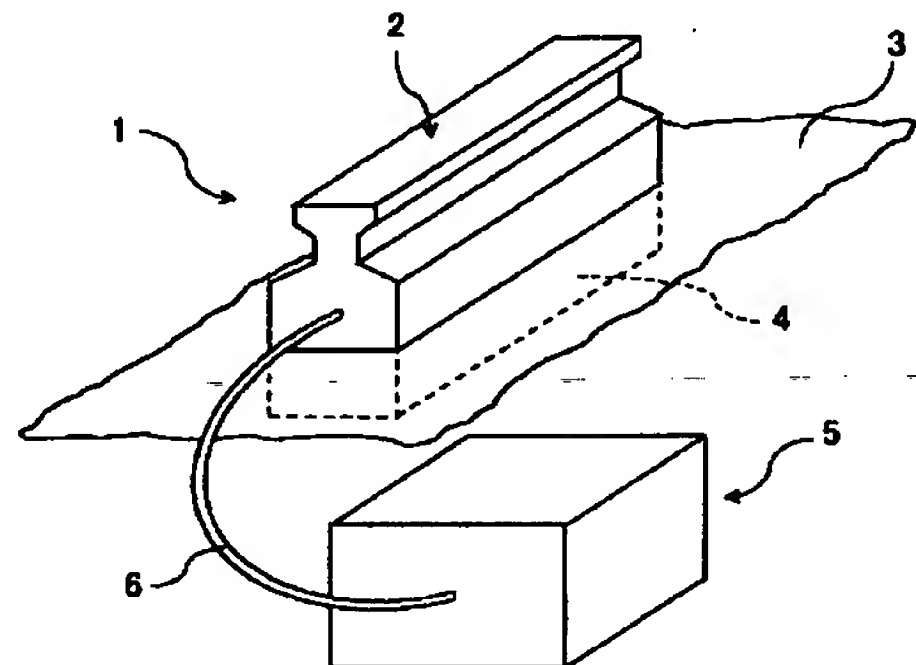
Fターム(参考) 2G040 AB09 BA24 CB09 DA03 EA01
HA00

(54)【発明の名称】 熱伝導率の測定方法

(57)【要約】

【課題】 粘性の低い液体試料であっても、熱伝導率を熱線法により迅速に精度良く測定することができる熱伝導率の測定方法を提供することである。

【解決手段】 液体試料10の表面を保護膜3で被覆し、この保護膜3を介してヒーター7で液体試料10を加熱し、そのときのヒーター7の温度変化から液体試料10の熱伝導率を測定する方法であって、ヒーター7に加わる加熱エネルギーと熱伝導率との関係を求め、この関係からヒーター7への加熱エネルギーがゼロの場合の熱伝導率を求め、これを当該液体試料10の熱伝導率とすることで、粘性の低い液体試料10の熱伝導率を迅速に精度良く求めることができる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】液体試料の表面を保護膜で被覆し、この保護膜を介してヒーターで液体試料を加熱し、そのときのヒーターの温度変化から液体試料の熱伝導率を測定する方法であって、ヒーターに加わる加熱エネルギーと熱伝導率との関係を求め、この関係からヒーターへの加熱エネルギーがゼロの場合の熱伝導率を求め、これを当該液体試料の熱伝導率とすることを特徴とする熱伝導率の測定方法。

【請求項2】前記液体試料が低粘性の液体である請求項1記載の熱伝導率の測定方法。

【請求項3】ヒーターに加わる加熱エネルギーと熱伝導率との関係を回帰分析により外挿することによって、ヒーターへの加熱エネルギーがゼロの場合の熱伝導率を求める請求項1または2記載の熱伝導率の測定方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、非定常細線加熱法（熱線法）を利用して、液体試料、特に低粘性の液体試料の熱伝導率を測定する方法に関する。

【従来の技術】

【0002】物質の熱の伝わり易さを表す熱伝導率は、非定常細線加熱法（熱線法）により簡便に測定できる。熱線法の測定原理を図5に示す。図5に示すように、無限円筒と見なせる形状で均質な試料11の中心線上にヒーター12を張り、このヒーター12に一定電力（加熱エネルギー）を与え続けると、熱電対13で測定するヒーター12の温度は時間とともに指数関数的に上昇する。したがって、時間軸を対数目盛にすると図6のように、昇温カーブは直線になる。熱を伝えにくい熱伝導率の小さい試料であればヒーター12は速く昇温するので、この直線の傾きは大きくなり、逆に熱を伝えやすい熱伝導率の大きい試料であればこの傾きは小さくなる。すなわち、試料の熱伝導率は対数時間による昇温グラフの傾きを求めることにより測定できる。このことから、熱伝導率は下記に示す数式から近似的に求めることができる。

【0003】

【数1】

$$\lambda = q \times \ln(t_2/t_1) / 4\pi(T_2 - T_1)$$

【0004】ここで、 λ 、 q 、 t_1 、 t_2 、 T_1 、 T_2 は、下記の内容を示す。

λ ：試料11の熱伝導率

q ：ヒーター12の単位時間、単位長さ当たりの発熱量

t_1 ：測定開始時刻

t_2 ：測定終了時刻

T_1 ：時刻 t_1 におけるヒーター12の温度

T_2 ：時刻 t_2 におけるヒーター12の温度

【0005】測定する試料が固体の場合は、上記の熱線法により熱伝導率を簡便に測定することができる。ま

た、試料が液体の場合は、液体試料表面に保護膜を乗せ、この保護膜の上にヒーター12および熱電対13を配置することにより熱伝導率を測定することが提案されている。しかし、液体試料の場合は加熱エネルギーを与えると伝導伝熱の他に対流伝熱も生じるため、測定された熱伝導率が実際よりも大きな値となる傾向にある。特に液体試料の粘性が低い場合は、対流伝熱が生じ易く、測定値の誤差が大きくなるため、粘性の低い液体試料の熱伝導率を迅速に精度良く求める方法が必要とされていた。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、たとえ粘性の低い液体試料であっても、熱伝導率を熱線法により迅速に精度良く測定することができる熱伝導率の測定方法を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明の熱伝導率の測定方法は、液体試料の表面を保護膜で被覆し、この保護膜を介してヒーターで液体試料を加熱し、そのときのヒーターの温度変化から液体試料の熱伝導率を測定する方法であって、ヒーターに加わる加熱エネルギーと熱伝導率との関係を求め、この関係からヒーターへの加熱エネルギーがゼロの場合の熱伝導率を求め、これを当該液体試料の熱伝導率とするものである。

【0008】本発明によれば、保護膜の加熱エネルギーを複数変更して得られた各熱伝導率と加熱エネルギーとの関係を、例えば回帰分析等の手段により外挿することによって、加熱エネルギーがゼロのときの値を求めることで、粘性の低い液体の熱伝導率を迅速に精度良く測定することができる。液体の対流伝熱は、加熱エネルギーが多いほど大きくなる傾向にあるため、加熱エネルギーをゼロに外挿することにより、対流伝熱の影響が殆どない試料固有の伝導伝熱のみによる熱伝導率が得られる。

【0009】本発明における熱伝導率の測定方法は、ヒーターに加わる加熱エネルギーと熱伝導率との関係を回帰分析により外挿することによって、ヒーターへの加熱エネルギーがゼロの場合の熱伝導率をより正確に求めることができる。

【0010】

【発明の実施の形態】以下、本発明の一実施形態を詳細に説明する。この実施形態で使用する熱線法による熱伝導率測定装置の概略を図1に示す。同図に示すように、熱伝導率測定装置1は、プローブ2、保護膜3、試料を入れる容器4、制御部5およびケーブル6からなる。

【0011】プローブ2は、保護膜3を介して容器4の上に重ね合わされる。図2はプローブ2を裏返した状態を示している。プローブ2は、図2に示すように、加熱エネルギーを供給するために下面14の長手方向に直線上に張られたヒーター7、このヒーター7と部分的に接触してヒーター7の温度を測定するための温度センサ8

および取っ手9を備えている。プローブ2は、ケーブル6により制御部5と接続されている。制御部5は、ヒーター2へ供給する電流値(A)、電流を供給する時間(t)、温度センサ8で測定されたヒーター7の温度(T)の制御、計測を行い、その結果を基にして熱伝導率(λ)を求めるものである。図3は、液体試料10を入れる容器4を示している。このような熱伝導率測定装置を図1のように配置した状態で、ヒーター7に一定の電流(加熱エネルギー)を一定の時間供給し、その間のヒーター7の温度変化を熱電対8で計測し、熱伝導率を

【0012】ヒーター7として使用する加熱線は、種々の合金または純粋金属が利用でき、例えばニッケル45%、銅55%合金等が挙げられる。温度センサ8としては、種々の熱電対、例えば白金ロジウムと白金を組み合わせた貴金属系熱電対と銅、鉄、コンスタンタン、クロメル、アロメルを材料とする卑金属系熱電対が使用可能であり、測定温度域等を考慮して使用条件に適した熱電対を選定すればよい。また、温度センサ8として、熱放射を利用し非接触温度測定が可能な放射温度計等も使用

【0013】保護膜3は、液体試料10の熱伝導率測定時にプローブ2のヒーター7、熱電対8等が濡れたり、汚れたり、あるいは腐食したりするのを防止するために使用している。保護膜3としては、液体試料10の温度変化および温度センサ8の計測値に対して、保護膜3の与える影響が極力少なくなるように熱伝導率の高いものが好ましく、厚さ1 μ m~50 μ m程度の薄膜で、特に耐水性、耐薬品性、耐溶剤性等を備えたものが好ましい。具体的には、例えばポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル、アクリル樹脂(ポリメタクリル酸メチル等)、ポリカーボネート、ポリ塩化ビニリデン等のフィルムあるいはシート状のものが使用できる。なお、保護膜3の影響を消去するために、本発明における熱伝導率測定方法により標準物質(熱伝導率が既知の固体等)の熱伝導率を測定し、保護膜3を介することにより生じる微小な誤差を予め求め、この結果をもとにして液体試料10の熱伝導率測定結果に対する保護膜3の影響を補正するのがより好ましい。

【0014】容器4としては、液体試料10の成分に応じて、各種プラスチック、ガラス等の材質が使用できる。液体試料10は容器4の上面開口部まで入れ、その上に乗せる保護膜3と液体試料10との間に隙間ができないように密着させる。さらに保護膜3とヒーター7および温度センサ8との間に隙間ができないようにプローブ2を配置する。

【0015】液体試料10を構成する成分および粘性等に関しては、特に制約はない。本発明によれば、従来の*

実施例(1) 液体試料a：動粘性率が10csのシリコンオイル

実施例(2) 液体試料b：動粘性率が50csのシリコンオイル

*測定方法では迅速に精度良く測定することが困難であった粘性が低くヒーターに対して腐食性のある液体試料10でも、一般には動粘性率1cs以上のものが測定可能である。

【0016】本発明の一実施形態である後述の実施例の表1に示すように、ヒーター2による加熱エネルギー A^2 (ここでAは電流値を示し、その2乗値は、数式1の発熱量qと相関する。)を複数変更した場合、加熱エネルギー A^2 が増加するとともに、液体試料の対流伝熱も大きくなるため、得られた熱伝導率は大きくなっている。特に、粘性の低い液体試料aに、この傾向が顕著に現れている。このように、対流状態によって測定値に大きな誤差が生じることがわかる。

【0017】次に、図1の熱伝導率測定装置1を用いて、熱伝導率を測定する手順について説明する。

手順

- 1) 容器4に液体試料10を満たす。
- 2) 液体試料10の上に保護膜3を被せる。
- 3) プローブ2を容器4の上に保護膜3を介して重ね合わせる。
- 4) ヒーター7から保護膜3に一定の電流値Aを供給し続ける(通常、約1~2分間)。
- 5) そのときの熱伝導率 λ_1 を制御部5で計測する。
- 6) 電流値Aを変えて、同様にして、 λ_2 を計測する。
- 7) 以下、同様にして複数の λ_n 値(通常2個以上、好ましくは4個以上)を得る。(通常、 $\lambda_1 \sim \lambda_n$ は、電流値が0.25~3Aの範囲で計測される。)
- 8) これらの λ と A^2 との関係をもとに、回帰分析による外挿によって $A^2=0$ のときの λ_0 を求める。この λ_0 を液体試料10の熱伝導率とする。なお、単に、 λ と A^2 との関係を表したグラフ上の各点の最も近傍を通るような直線あるいは曲線を引くことによって、 $A^2=0$ に外挿してもよい。

【0018】上記のようにして求めた加熱エネルギーがゼロのときの熱伝導率は、対流伝熱の影響を消去できるため、液体試料固有の熱伝導率により近い値となる。

【0019】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明を詳細に説明するが、本発明は以下の実施例のみに限定されるものではない。

【0020】実施例

下記に示す液体試料a~eについて、京都電子工業(株)製の迅速熱伝導率計「QTM-500」を用いて、加熱エネルギー(電流値Aの2乗にて表す)を表1に示すように変化させて各条件における熱伝導率を測定した。 λ と A^2 との関係を図4に示す。次に、上記各熱伝導率をもとにして回帰分析による外挿によって、加熱エネルギーがゼロのときの熱伝導率を求めた。

実施例(3) 液体試料c：動粘性率が100csのシリコンオイル

実施例(4) 液体試料d：動粘性率が1000csのシリコンオイル

実施例(5) 液体試料e：動粘性率が10000csのシリコンオイル

実施例(1)～(5)の試料a～eについて、各加熱エネルギーにおける熱伝導率、回帰分析によって求めた熱伝導率（ $A^2=0$ のときの λ ）および液体用熱伝導率計ULV

＊熱伝導率測定結果を表1に示す。

【0021】

【表1】

AC TCW-100型（真空理工株式会社製）による＊

	加熱エネルギー	単位: W/m/K				
		液体試料a 動粘性率 10cs	液体試料b 動粘性率 50cs	液体試料c 動粘性率 100cs	液体試料d 動粘性率 1000cs	液体試料e 動粘性率 10000cs
熱伝導率	$A^2=0.250$	0.199			0.182	0.177
	$A^2=0.625$	0.257	0.181	0.181	0.174	0.183
	$A^2=1.000$	0.296	0.208	0.189	0.175	0.183
	$A^2=2.000$	0.384	0.251	0.223	0.180	0.190
回帰分析による熱伝導率		0.182	0.183	0.180	0.177	0.177
液体用熱伝導率計 ULVAO TCW-100型による熱伝導率		0.14	0.15	0.16	0.16	0.16

【0022】表1、図4に示すように液体試料の動粘性率が低い（液体試料aの動粘性率が最も低い）ほど、実際の熱伝導率との誤差が加熱エネルギーの増加とともに大きくなっていることがわかる。また、各加熱エネルギーにおける熱伝導率をもとに、回帰分析により外挿することによって求めた熱伝導率は、実際の熱伝導率に近い値となっていることがわかる。

【0023】

【発明の効果】本発明によれば、粘性の低い液体試料であっても、熱線法により熱伝導率を迅速に精度良く測定することができるという効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施形態に使用される熱伝導率測定装置の概略を示す斜視図である。

【図2】図1の測定装置におけるプローブおよび制御部を示す斜視図である。

【図3】図1の測定装置における液体試料を入れる容器を示す斜視図である。

【図4】実施例で得た熱伝導率と加熱エネルギーとの関

※係を示すグラフである。

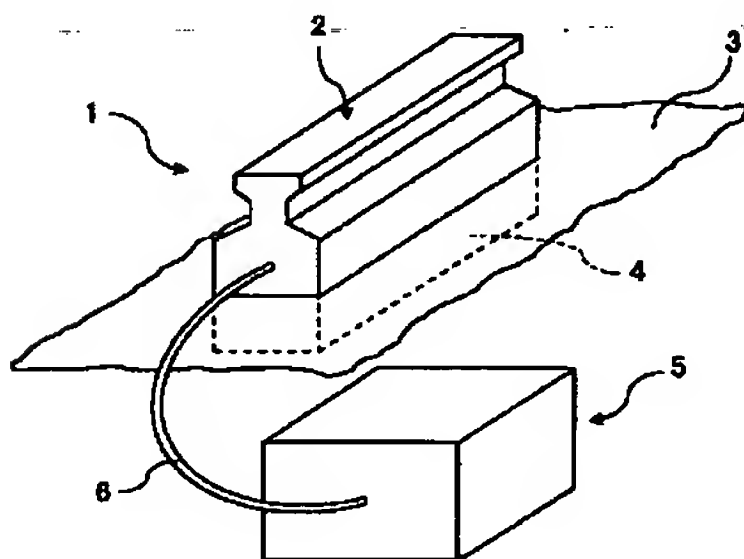
【図5】通常の熱線法による熱伝導率測定原理を示す斜視図である。

【図6】熱線法による温度測定により得られる時間（対数）と温度上昇との関係を示すグラフである。

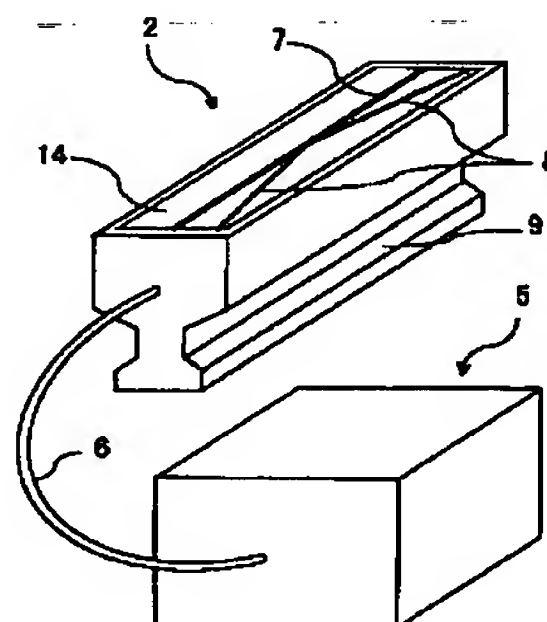
【符号の説明】

- 1 熱伝導率測定装置
- 2 プローブ
- 3 保護膜
- 4 容器
- 5 制御部
- 6 ケーブル
- 7 ヒーター
- 8 温度センサ
- 9 取っ手
- 10 液体試料
- 11 試料
- 12 ヒーター
- 13 熱電対

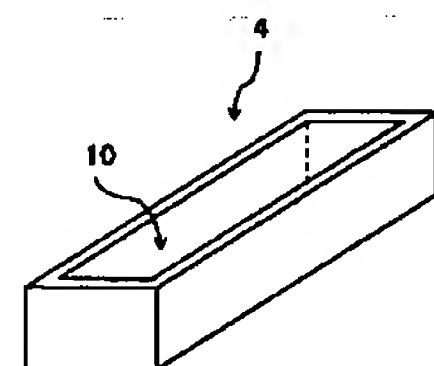
【図1】



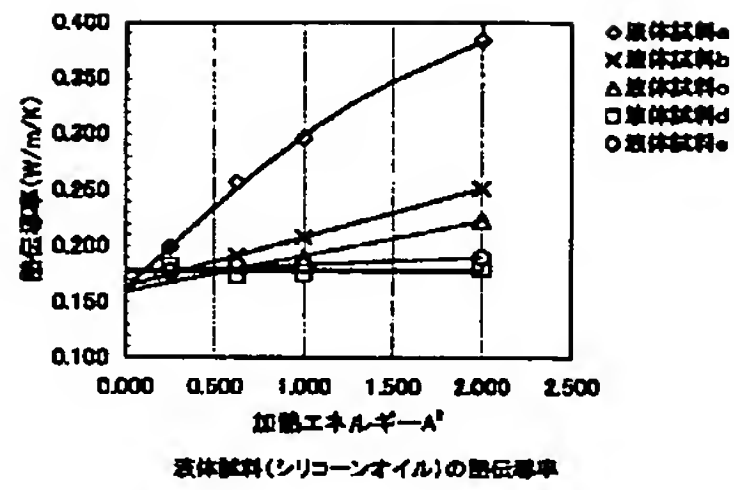
【図2】



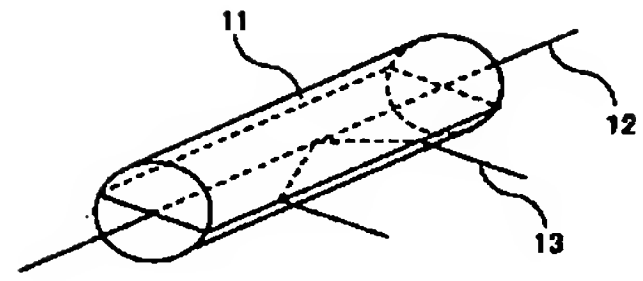
【図3】



【図4】



【図5】



【図6】

